

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN *reference* ⑦

(11) Publication number : 2002-214133

(43) Date of publication of application : 31.07.2002

(51) Int.CI.

G01N 21/27
 B32B 7/02
 B32B 27/30
 C08K 5/12
 C08K 5/523
 C08L 27/06
 C08L 91/00
 G01N 21/01
 G01N 21/03
 G01N 21/41

(21) Application number : 2001-015558

(71) Applicant : HACHINOHE NATIONAL COLLEGE OF TECHNOLOGY
 KAGOSHIMA PREFECTURE
 NTT ADVANCED TECHNOLOGY CORP

(22) Date of filing : 24.01.2001

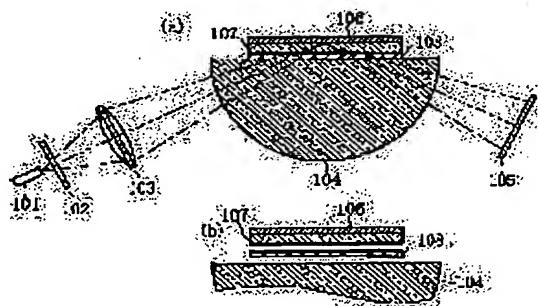
(72) Inventor : ASANO TAIICHI
 MASATOME TAKASHI
 IMATO TOSHIHIKO
 FUSHINUKI YOSHITO
 TABEI HISAO
 HIDA TATSUYA

(54) REFRACTIVE INDEX MATCHING TRANSPARENT FILM AND CELL USING REFRACTIVE INDEX MATCHING TRANSPARENT FILM

(57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To execute lamination more easily than hitherto when laminating each optical part, such as lamination between a transparent substrate having a metal thin film fixed thereon and a prism, or the like.

SOLUTION: The transparent substrate 107 and the prism 104 are laminated by a transparent adhesive film 108 having a refractive index matched by adding a plasticizer to polyvinyl chloride.



(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-214133

(P2002-214133A)

(43) 公開日 平成14年7月31日 (2002.7.31)

(51) Int.Cl.
G 01 N 21/27
B 32 B 7/02
27/30
C 08 K 5/12
5/523

識別記号
1 0 3
1 0 1

F I
G 01 N 21/27
B 32 B 7/02
27/30
C 08 K 5/12
5/523

テーマコード (参考)
C 2 G 0 5 7
2 G 0 5 9
4 F 1 0 0
4 J 0 0 2

審査請求 有 請求項の数 6 O L (全 6 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2001-15558 (P2001-15558)
(22) 出願日 平成13年1月24日 (2001.1.24)

(71) 出願人 501085566
八戸工業高等専門学校長
青森県八戸市大字田面木字上野平16番地1号
(71) 出願人 591155242
鹿児島県
鹿児島県鹿児島市鴨池新町10番1号
(71) 出願人 000102739
エヌ・ティ・ティ・アドバンステクノロジ
株式会社
東京都新宿区西新宿二丁目1番1号
(74) 代理人 100064621
弁理士 山川 政樹

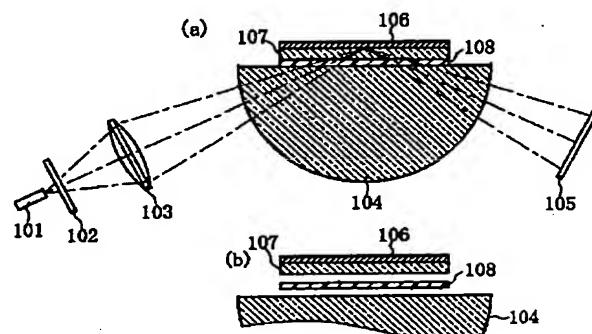
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 屈折率整合透明フィルム及び屈折率整合透明フィルムを利用したセル

(57) 【要約】

【課題】 金属薄膜を固定した透明基板とプリズムとを貼り合わせるなど、光学部品同士を貼り合わせるとき、従来より容易に貼り合わせることができるようとする。

【解決手段】 透明基板107とプリズム104とを、ポリ塩化ビニルに可塑剤を加えて屈折率を整合させた透明粘着フィルム108で、貼り合わせる。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 2つの透明部材を着脱可能に貼り合わせる屈折率整合透明フィルムであって、
ポリ塩化ビニルと可塑剤とから構成され、前記透明部材と実質的に屈折率が同一に形成されたことを特徴とする屈折率整合透明フィルム。

【請求項2】 請求項1記載の屈折率整合透明フィルムにおいて、
前記可塑剤は、前記ポリ塩化ビニルと前記可塑剤の重量比が1:5となる状態より少ないと特徴とする屈折率整合透明フィルム。

【請求項3】 請求項1または2記載の屈折率整合透明フィルムにおいて、
前記可塑剤は、フタル酸ジオクチルと磷酸トリクロレジルとから構成されたものであることを特徴とする屈折率整合透明フィルム。

【請求項4】 請求項1または2記載の屈折率整合透明フィルムにおいて、
前記可塑剤は、フタル酸ジオクチルと前記透明部材と実質的に屈折率が同一のマッチングオイルとから構成されたものであることを特徴とする屈折率整合透明フィルム。

【請求項5】 請求項4記載の屈折率整合透明フィルムにおいて、
前記可塑剤は、前記マッチングオイルに比較してフタル酸ジオクチルの方が多く含まれていることを特徴とする屈折率整合透明フィルム。

【請求項6】 請求項1～5いずれか1項に記載の屈折率整合透明フィルムが裏面に貼り合わされた透明基板と、
この透明基板表面に形成された金属薄膜と、
この金属薄膜周囲に形成された枠体とを備え、
前記金属薄膜と前記枠体とにより、前記金属薄膜を底とする容器が構成されたことを特徴とする屈折率整合透明フィルムを利用したセル。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、光学系を用いて被測定溶液中の特定物質を定量あるいは定性的に測定する表面プラズモン共鳴現象を利用した測定に用いる屈折率整合透明フィルムに関し、より詳細には、被測定物に接した金属薄膜における表面プラズモン共鳴現象を利用し、液体やガスなどの被測定物の屈折率変化を検知し、*

$$k_{sp} = (c/\omega) \cdot \sqrt{\{\epsilon n^2 / (\epsilon + n^2)\}}$$

【0010】 上記数2において、cは光速、 ω は角振動数、 ϵ は金属薄膜506の誘電率、nは金属薄膜506上に配置された被測定物の屈折率である。

【0011】 上記エバネッセント波と表面プラズモン波の波数が一致する入射角 θ のとき、エバネッセント波

*これらの定性・定量などの測定を行う装置に用いる屈折率整合透明フィルムおよび屈折率整合透明フィルムを利用したセルに関する。

【0002】

【従来の技術】 従来より、科学プロセス計測や環境計測、また臨床検査などにおいて、呈色反応や免疫反応を利用した測定が行われている。しかしながら、これらの測定方法では、被測定物をサンプル抽出する必要があるほか、煩雑な操作や標識物質を必要とするなどの問題があつた。これらに対し、標識物質を必要とすることなく、高感度で被測定物中の化学物質の定性・定量測定が可能な測定手法として、光励起表面プラズモン共鳴現象 (Surface Plasmon Resonance) を利用したセンサを用いる手法が提案され、また実用化されている。

【0003】 従来のSPR現象測定装置は、図5に示すように、光源501、P偏光光のみを通過させる偏光板502およびレンズ503、プリズム504、光電子検出器505、金属薄膜506、プリズム504と同じ屈折率のガラスや高分子透明体の透明基板507、および透明基板507をプリズム504に張り付けるためのマッチングオイル508とから構成されている。

【0004】 図5のSPR現象測定装置の動作について説明すると、まず、光源501から発した光を偏光板502、レンズ503を通過させる。つぎに、通過させた光をある入射角 θ をもってプリズム504に入射させ、入射させた光を被測定物が配置された金属薄膜506に照射する。この結果、金属薄膜506で反射した光を、プリズム504を通して光電子検出器505で検出する。

【0005】 光源501から発した光は、金属薄膜506の反射面でエバネッセント波となる。この波数は、つきの数1により表される。

【0006】

【数1】

$$k_{ev} = k_p n_p \sin \theta$$

【0007】 上記数1において、 k_p は入射光の波数、 n_p はプリズム504の屈折率、 θ は入射角である。

【0008】 このとき、金属薄膜506の反射面では、表面プラズモン波が生じ、この波数は、以下の数2により表される。

【0009】

【数2】

は、表面プラズモンの励起に使われ、光電子検出器505が検出する反射光の光量が減少する。SPR現象は、プリズム504および金属薄膜506に接した被測定物の屈折率に依存するため、例えば、被測定物を水とした場合、図6に示すように、入射角度と反射強度との関係

を示す曲線が、入射角θがある角度(70度近辺)で極小を持つものとして得られる。

【0012】この特徴は物質固有のものであるので、図5に示したSPR現象測定によれば、入射角θを変化させて反射強度が極小となるピークの出現する入射角度θを求ることで、例えば、被測定物の温度変化による屈折率変化を測定することができる。また、金属薄膜506上に抗体などを固定化してセンサ膜とし、被測定対象の抗原と上記抗体との結合によるセンサ膜の屈折率変化を、前述したことにより測定することで、抗体(特定物質)の定量を行うことができる。

【0013】

【発明が解決しようとする課題】ところで、上述したように、金属薄膜506を固定した透明基板507は、マッチングオイル508で、プリズム504に固着させている。図5(a)に示すように、プリズム504の所定面に、シリコーンオイルをベースとしたマッチングオイル508を滴下し、この上に透明基板507を貼り合わせることで、金属薄膜506を透明基板507およびマッチングオイル508を介してプリズム504に張り付ける。

【0014】このようにすることで、金属薄膜506は透明基板507と共に容易にプリズム504より剥離できるので、金属薄膜506の交換が容易になる。金属薄膜506が、プリズム504に完全に固定されている場合、一度測定を行った後は、金属薄膜の測定面を洗浄してからつぎの測定を行う必要があった。しかしながら、上述したようにマッチングオイル508で張り付けるようすれば、金属薄膜506を測定の後で容易に新しいものに交換できるようになり、金属膜の洗浄を行わなくてよいという利点がある。

【0015】しかしながら、マッチングオイルを用いる場合、所定の測定間隔でプリズム面の洗浄を行う必要が発生してしまう。また、金属薄膜の上に直接試料を接触させて測定する場合、マッチングオイルが試料に混合してしまう危険性がある。本発明は、以上のような問題点を解消するためになされたものであり、金属薄膜を固定した透明基板とプリズムとを貼り合わせるなど、光学部品同士を貼り合わせるとき、従来より容易に貼り合わせることができるようにすることを目的とする。

【0016】

【課題を解決するための手段】本発明の屈折率整合透明フィルムは、2つの透明部材を着脱可能に貼り合わせる屈折率整合透明フィルムであって、ポリ塩化ビニルと可塑剤とから構成され、例えば、可塑剤が、ポリ塩化ビニルと可塑剤の重量比が1:5となる状態より少ない状態で構成され、上記透明部材と実質的に屈折率が同一に形成されたものである。この発明によれば、屈折率整合透明フィルムで貼り合わされた一方の透明部材に入射した光が、屈折率整合透明フィルムのところで屈折すること

なく、他方の透明部材より出射する。

【0017】上記発明において、可塑剤は、フタル酸ジオクチルと磷酸トリクリレジルとから構成されたもの、もしくは、フタル酸ジオクチルと透明部材と実質的に屈折率が同一のマッチングオイルとから構成されたものであればよい。また、可塑剤は、マッチングオイルに比較してフタル酸ジオクチルの方が多く含まれているようにする。

【0018】本発明の屈折率整合透明フィルムを利用したセルは、上記屈折率整合透明フィルムが裏面に貼り合わされた透明基板と、この透明基板表面に形成された金属薄膜膜と、この金属薄膜周囲に形成された枠体とを備え、金属薄膜と枠体とにより、金属薄膜を底とする容器が構成されたものである。

【0019】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態について図を参照して説明する。

〈実施の形態1〉図1は、本発明の実施の形態における屈折率整合透明フィルムを用いたSPR現象測定装置の構成を示す構成図である。図1(a)のSPR測定装置は、光源101、P偏光光のみを通過させる偏光板102およびレンズ103、プリズム104、光電子検出器105、金属薄膜106、プリズム104と同じ屈折率のガラスや高分子透明体の透明基板107を備えている。

【0020】加えて、本実施の形態では、透明基板107とプリズム104との貼り合わせに、透明粘着フィルム(屈折率整合透明フィルム)108を用いるようにした。透明粘着フィルム108は、プリズム104と透明基板107に屈折率が整合している。透明粘着フィルム108は、ポリ塩化ビニルに可塑剤を加えた液を、テトラヒドロフラン溶液を用いたキャスト法により、フィルム状にしたものである。ポリ塩化ビニルとこれに加える可塑剤の重量比は、1対5より可塑剤が少なければ、所望とする薄膜化が可能となる。

【0021】可塑剤は、フタル酸ジオクチル+マッチングオイル、もしくは、フタル酸ジオクチル+磷酸トリクリレジルを用いればよい。フタル酸ジオクチル+マッチングオイルの場合、重量比は6対4よりもフタル酸ジオクチルの量を多くする。また、フタル酸ジオクチル+磷酸トリクリレジルの場合、透明粘着フィルム108の屈折率を、プリズム104に整合させるために、各々の重量比を任意に変える。フタル酸ジオクチルの屈折率は1.4842であり、磷酸トリクリレジルの屈折率は1.5549である。例えば、規格BK7のガラス剤からなるプリズム104の場合、この屈折率は1.516であるため、屈折率を合わせるために、フタル酸ジオクチルと磷酸トリクリレジルとの重量比を1対1とすればよい。

【0022】以上に示した材料、例えば、ポリ塩化ビニル0.2gと、可塑剤としてフタル酸ジオクチル0.6

5
g. マッチングオイル0.4gを混合して原料溶液を作製する。この原料溶液をテトラヒドロフラン溶液上に滴下し、テトラヒドロフラン溶液の液面に原料溶液を展開させてフィルム状とすることで、透明粘着フィルム108が作製できる。

【0023】このようにして作製した透明粘着フィルム108は、図1(b)に示すように、金属薄膜106が形成された透明基板107とプリズム104の平坦面との間に配置して用いる。透明粘着フィルム108は、粘着性があるため、透明基板107をプリズム104の平坦面に接着して保持することができる。また、透明粘着フィルム108は、透明基板107とプリズム104とを完全に接着固定するものではなく、容易に剥がすことが可能である。

【0024】例えば、まず、規格BK7のガラス材より透明基板107を形成し、蒸着法やスパッタ法などにより透明基板107の全面全域に金属薄膜106を形成する。金属薄膜106は、酸化などの化学反応が起きにくい材料が好ましく、例えば金を用いるようにすればよい。また、金属薄膜106形成面に枠体211を形成し、図2に示すように、透明基板107、金属薄膜106および枠体211で容器が形成された状態とする。

【0025】次いで、透明基板107の裏面に、透明基板107およびプリズム104と同一屈折率に作製した透明粘着フィルム108を張り付け、被測定溶液を収容する容器が形成されたセル201とする。SPR現象の測定時には、このセル201の透明粘着フィルム108の面をプリズム104の平坦面に張り付け、枠体211による容器内に被測定液を収容すればよい。

【0026】つぎに、実際の測定について説明する。まず、金属薄膜106表面に、Self-Assembly膜作製法によって、ヒトアルブミンを固定化することで、金属薄膜106表面にヒトアルブミンからなるセンサ膜を形成する。次いで、測定対象である抗ヒトアルブミンの水溶液をセル201内に収容し、プリズム104を介して金属薄膜106の裏面に入射する光の角度を変化させ、反射強度が極小となるピークの出現する入射角度θを求めることで、センサ膜の屈折率変化を測定した。

【0027】この屈折率変化の測定の結果、図3に示すように、測定対象の抗ヒトアルブミンの濃度に比例して、上記ピークの出現する角度のシフト量が変化した。この応答は、従来のように透明基板とプリズムをマッチングオイルで貼り合わせた場合と、同様であった。図3では、白四角で上記透明粘着フィルム108を用いた場合を示し、白丸でマッチングオイルを用いた場合を示しており、両者の間にはほとんど差がない。

【0028】<実施の形態2>つぎに、本発明の他の実施の形態について説明する。上述では、ポリ塩化ビニルに可塑剤としてフタル酸ジオクチルとマッチングオイルとを加えるようにしたが、これに限るものではない。可

塑剤として、フタル酸ジオクチルと磷酸トリクロレジルとを加えるようにしてもよい。

【0029】例えば、ポリ塩化ビニル0.2gと、可塑剤としてフタル酸ジオクチル0.5g、磷酸トリクロレジル0.5gを混合して原料溶液を作製する。この原料溶液をテトラヒドロフラン溶液上に滴下し、テトラヒドロフラン溶液の液面に原料溶液を展開させてフィルム状とすることで、透明粘着フィルム108を作製するようにしてもよい。

10 【0030】この透明粘着フィルム108は、屈折率が1.5161であり、規格BK7ガラスの屈折率と一致する。このようにして作製した透明粘着フィルム108は、前述した実施の形態と同様に、金属薄膜106が形成された透明基板107とプリズム104の平坦面との間に配置して用いる(図1(b))。

【0031】つぎに、実際の測定について説明する。まず、金属薄膜106表面に、Self-Assembly膜作製法によって、ヒトアルブミンを固定化することで、金属薄膜106表面にヒトアルブミンからなるセンサ膜を形成する。次いで、測定対象である抗ヒトアルブミンの水溶液をセル201内に収容し、プリズム104を介して金属薄膜106の裏面に入射する光の角度を変化させ、反射強度が極小となるピークの出現する入射角度θを求めることで、センサ膜の屈折率変化を測定した。

【0032】この屈折率変化の測定の結果、図4に示すように、測定対象の抗ヒトアルブミンの濃度に比例して、上記ピークの出現する角度のシフト量が変化した。この応答は、従来のように透明基板とプリズムをマッチングオイルで貼り合わせた場合と、同様であった。図4

30 では、白四角で上記透明粘着フィルム108を用いた場合を示し、白丸でマッチングオイルを用いた場合を示しており、どちらも濃度とシフト量との間に良好な直線性が得られた。

【0033】

【発明の効果】以上説明したように、本発明によれば、屈折率整合透明フィルムを用いて貼り合わせるようにしたので、金属薄膜を固定した透明基板とプリズムとを貼り合わせるなど、光学部品同士を貼り合わせるとき、従来より容易に貼り合わせることができるようになるという優れた効果が得られる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の実施の形態における屈折率整合透明フィルムを用いたSPR現象測定装置の構成を示す断面図である。

【図2】 本発明の実施の形態における屈折率整合透明フィルムを用いたSPR現象測定装置の他の形態における部分的な構成を示す断面図である。

【図3】 抗ヒトアルブミンを被測定対象としたときの、濃度と反射強度が極小となるピークの出現する入射角度θのシフト量との関係を示す相関図である。

【図4】 抗ヒトアルブミンを被測定対象としたときの、濃度と反射強度が極小となるピークの出現する入射角度θのシフト量との関係を示す相関図である。

【図5】 従来のSPR現象測定装置の構成を示す断面図である。

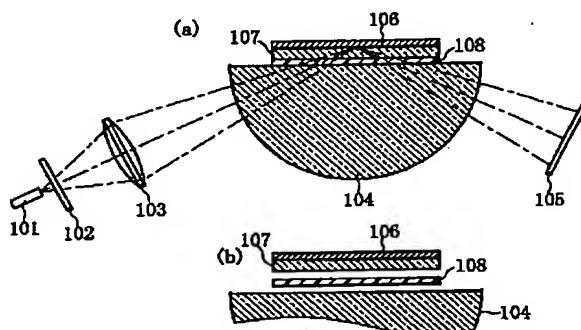
【図6】 SPR現象測定装置を用いた測定結果を示す*

* 説明図である。

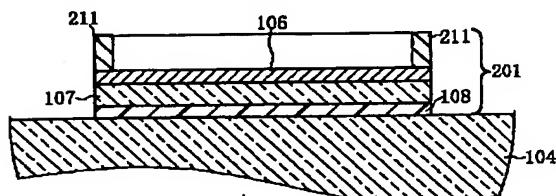
【符号の説明】

101…光源、102…偏光板、103…レンズ、104…プリズム、105…光電子検出器、106…金属薄膜、107…透明基板、108…透明粘着フィルム、201…セル、211…枠体。

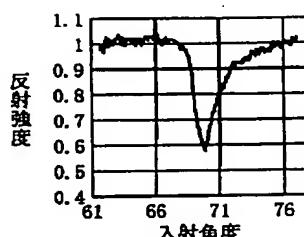
【図1】



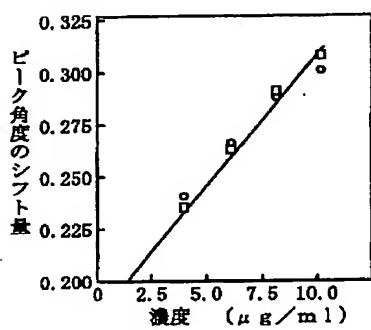
【図2】



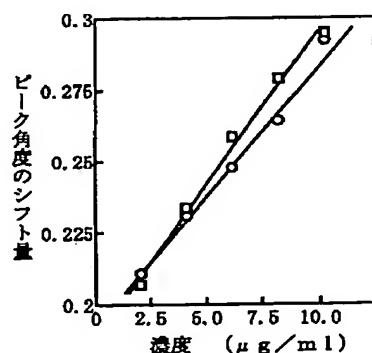
【図6】



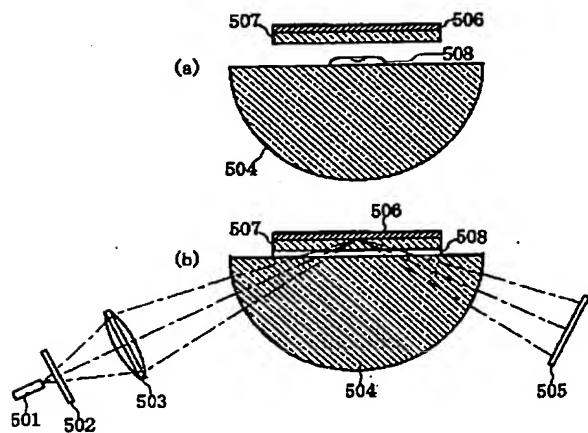
【図3】



【図4】



【図5】



フロントページの続き

(51)Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	マーク(参考)
C 0 8 L	27/06	C 0 8 L	27/06
	91/00		91/00
G 0 1 N	21/01	G 0 1 N	21/01
	21/03		21/03
	21/41		21/41
 (72)発明者 浅野 泰一 青森県八戸市大字田面木字上野平16番地1 高専宿舎202			
(72)発明者 正留 隆 福岡県大牟田市東萩尾町150			
(72)発明者 今任 稔彦 福岡県福岡市早良区南庄二丁目8番8号 307			
(72)発明者 伏貫 義十 鹿児島県鹿児島市武岡一丁目3番地16			
(72)発明者 田部井 久男 東京都新宿区西新宿二丁目1番1号 エ ヌ・ティ・ティ・アドバンステクノロジ株 式会社内			
 (72)発明者 飛田 達也 東京都新宿区西新宿二丁目1番1号 エ ヌ・ティ・ティ・アドバンステクノロジ株 式会社内			
F ターム(参考) 2G057 AA02 AB07 AC01 BA01 BB01 DB08			
2G059 AA01 AA02 BB01 BB04 BB12 CC16 DD13 EE02 EE05 FF06			
GG04 JJ11 JJ12 JJ19 KK01 PP10			
4F100 AB01A AG00A AK15B AR00A AR00C BA03 BA07 BA10A			
BA10C BA26 CA04B DA01 GB16 JM02A JN01A JN01B JN01C JN18A JN18B JN18C			
4J002 AE05X BD03W EH146 EW046 FD02X FD026 GF00 GP00			